



となる標準溶液の酸の種類と濃度、共存する主成分元素濃度などを分析試料溶液と近似させ、これらの影響を同様にして分析する方法です。

ネオジム磁石の場合はまず、主成分である鉄をマトリックス元素としてネオジムの含有量を分析し、その結果に基づき、鉄、ネオジムの2成分をマトリックス元素とすることで、他の成分についての高精度な分析を行うことができます。

しかし、この方法を用いても干渉が多く、ピーク形状が良好ではない元素が存在します。ランタノイド金属ではTb、Pr、Hoなどが相当します。このため、誘導結合プラズマ質量分析(ICP-MS)による分析を検討しました。

ICP-MS分析は試料溶液のプラズマ導入まではICP-AESと同じですが、元素の検出方法が質量分析となっている分析法であり、非常に高感度であることが特徴です。質量分析では溶液中の含有成分をイオン化して質量分析計に導入するため、溶液の濃度が高いと、分析計の汚染が生じます。したがって、ICP-AESと同濃度の試料溶液では濃すぎることから、分析元素の濃度を考慮して、これを適切に希釈する必要があります。

図2にPrの検量線の例を示します。ICP-AESで分析精度が低かったPr、Hoに関して、良好な検量線が得られ、高精度な分析が行えることがわかりました。

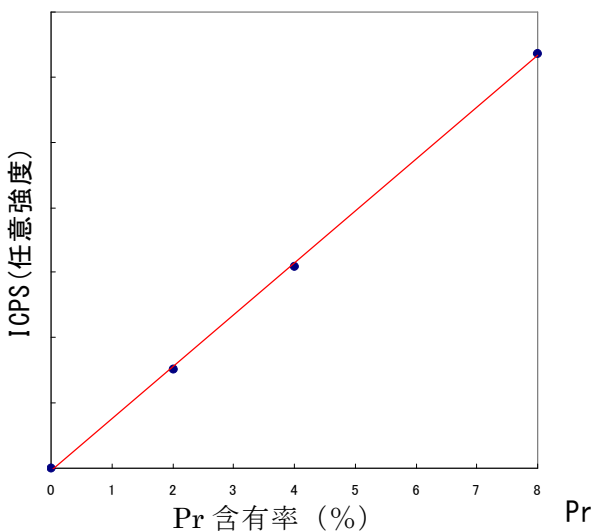


図2 ICP 質量分析の Pr の検量線の例

ICP-MSではICP-AESで生じた様な波長干渉はありませんが、複合イオンによる質量干渉が生じます。特にNdは多くの同位体が存在しており、その酸化物イオンが他の希土類元素の質量に重なります。

ICP-MSの場合、ある程度マトリックス・マッチング法で対応できましたが、質量干渉の影響が大きかったTbでは、十分な補正ができず検量線の精度が低い結果となりました。

ICP-MSで分析が困難なTbに関しては、ICP-AESでも、他の希土類の波長干渉を大きく受けます。そのため、ICP-AESでのTbの分析を進めるに当たって、主成分のFeに加え、干渉元素であるNd、Dy、Pr、Hoの全てをマッチングさせる方法を試み、図3の様に標準試料の濃度に比例した発光強度が得られました。その結果、良好な検量線が得られ、精度の高い分析が可能となりました。

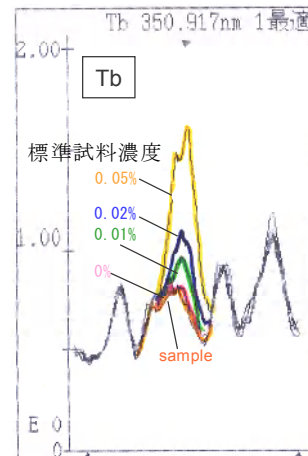


図3 Nd、Dy、Pr、HoをマッチングさせたTbのピーク例

#### おわりに

多元素から構成されるネオジム磁石の分析にあたっては、蛍光X線による定性分析を活用し、構成元素を特定して、これに基づいてICP-AES、ICP-MSを組み合わせ、定量分析を行うことにより、高精度の分析が可能でした。この場合、元素間の干渉を把握し、それに対応した分析法を活用する必要があります。